

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) **N° de publication :**
(A utiliser que pour
le classement et les
commandes de reproduction.)

2.079.970

(21) **N° d'enregistrement national :**
(A utiliser pour les paiements d'annuités,
les demandes de copies officielles et toutes
autres correspondances avec l'I.N.P.I.)

70.05883

(15) BREVET D'INVENTION

PREMIÈRE ET UNIQUE
PUBLICATION

(22) Date de dépôt..... 18 février 1970, à 10 h 30 mn.
Date de la décision de délivrance..... 18 octobre 1971.
Publication de la délivrance..... B.O.P.I. — «Listes» n. 45 du 12-11-1971.

(51) Classification internationale (Int. Cl.) .. **C 07 d 85/00//C 10 m 3/00.**

(71) Déposant : INSTITUT FRANÇAIS DU PÉTROLE DES CARBURANTS ET LUBRIFIANTS,
1 et 4, avenue de Bois-Préau, 92-Rueil-Malmaison.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire :

(54) Nouveaux diesters thermiquement stables dérivés de l'aminoo-2 hydroxyméthyl-2
propanediol-1,3, leurs fabrications, leurs purifications et leurs applications.

(72) Invention de : François Druesne, Bernard Sillion et Gabriel de Gaudemaris.

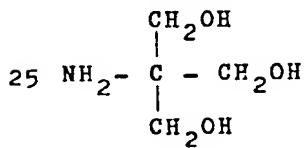
(33) (32) (31) Priorité conventionnelle :

Vente des fascicules à l'IMPRIMERIE NATIONALE, 27, rue de la Convention - PARIS (15^e)

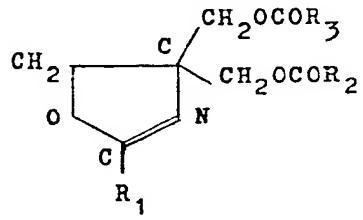
BEST AVAILABLE COPY

La présente invention concerne la fabrication, la purification et les applications de diesters incluant dans la molécule un cycle oxazoline et qui sont obtenus par condensation de l'amino-2 hydroxy-méthyl-2 propanediol-1,3 avec des acides monocarboxyliques aliphatisques linéaires ou α α dialkylés. Ces nouveaux diesters obtenus en faisant réagir 3 molécules d'acides identiques ou différents avec une molécule d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 s'avèrent remarquables dans leurs possibilités d'utilisation comme bases de lubrifiants thermostables pour turbomachines d'aviation volant 10 à plus de mach 2, tant par leur résistance à la dégradation et à l'oxydation à des températures supérieures à 300°C que par leurs bonnes caractéristiques viscosimétriques jusqu'à 300°C.

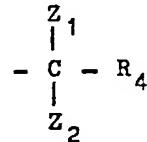
Les nouveaux diesters objets de la présente invention peuvent être fabriqués par condensation d'acides monocarboxyliques aliphatisques linéaires ou possédant deux ramifications en α de la fonction acide avec l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 de formule (I). Ils répondent à la formule (II) dans laquelle R_1 , R_2 , R_3 , sont des radicaux aliphatiques linéaires ou ramifiés ; dans ce dernier cas, les radicaux répondent à la formule (III) dans laquelle 20 les ramifications Z_1 et Z_2 sont des restes alcoyles linéaires, de 1 à 4 atomes de carbone, identiques ou différents et R_4 est un radical aliphatique linéaire de 4 à 14 atomes de carbone. Les radicaux R_1 , R_2 , R_3 peuvent être identiques ou différents et contiennent/^{chacun} de 5 à 15 atomes de carbone.



(I)



(II)



(III)

Ces diesters renferment de 22 à 76 atomes de carbone par molécule.

L'avantage des diesters nouveaux de la présente invention est 30 qu'ils peuvent être préparés par des réactions classiques et simples de la chimie organique. De plus, la purification qui rend possible l'utilisation des produits comme bases de lubrifiants ther-

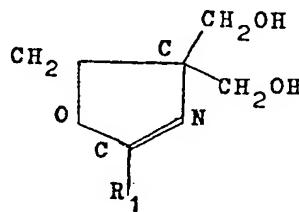
mostables pour turbomachines d'aviation volant à plus de Mach 2 est particulièrement commode pour des produits de ce type.

L'utilisation comme matière première de l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 confère un intérêt industriel nouveau aux diesters 5 selon l'invention : cet amino triol est en effet répandu et sa préparation à partir de produits industriels élémentaires de la Chimie, comme par exemple le formol et le nitrométhane, rend son emploi peu onéreux et sa disponibilité constante.

L'estérification de l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 peut 10 être faite en deux étapes par deux réactions successives ou bien encore en une seule étape par une seule réaction. Le détail de chacune des deux méthodes est le suivant :

A/ Procédé en deux étapes :

1) Première étape : alkyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazolines-
15 1,3 (IV)



(IV)

a) La première estérification de l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 peut être effectuée en condensant une molécule de 20 cet amino triol avec une molécule d'un acide monocarboxylique aliphatique linéaire ou ramifié tel qu'il a été défini plus haut. La réaction peut se faire sans catalyseur et sans solvant. On a cependant intérêt à opérer dans un solvant d'entraînement azéotropique tel que le benzène, le toluène ou le xylène. L'emploi d'un catalyseur tel que l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique, l'acide p-tolue sulfonique, l'acide phosphorique ou l'acide trifluoroacétique permet d'atteindre plus rapidement le rendement théorique.

b) La première estérification de l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 peut encore être réalisée en faisant réagir l'amino-30 triol avec un chlorure d'acide monocarboxylique aliphatique linéaire ou ramifié. La réaction peut être effectuée soit directement, soit de préférence dans un solvant capteur de l'hydracide libéré

tel qu'une base organique comme par exemple la pyridine, la triéthylamine ou la tert-butylamine.

2) Deuxième étape : diester de l'alkyl-2 dihydrométhyl-4,4-oxazolines-1,3 (II)

5 a) La deuxième estérification est réalisée en faisant réagir une molécule de diol (IV) avec deux molécules d'acides monocarboxyliques aliphatiques linéaires ou ramifiés identiques ou différents tels qu'ils ont été définis plus haut. La réaction peut se faire sans catalyseur et sans solvant. Dans cette étape il est toutefois 10 particulièrement intéressant d'utiliser un catalyseur comme l'acide chlorhydrique, l'acide sulfurique, l'acide p-toluène sulfonique, l'acide phosphorique ou l'acide trifluoroacétique pour atteindre le rendement théorique dans un temps raisonnable. La vitesse de réaction est encore accrue en éliminant l'eau formée dans la réaction 15 au moyen d'un solvant d'entraînement azéotropique tel que le benzène, le toluène ou le xylène.

b) La deuxième estérification peut encore être réalisée en faisant réagir une molécule du diol (IV) avec deux molécules de chlorures d'acides monocarboxyliques aliphatiques linéaires identiques ou différents. La réaction peut être effectuée soit directement, 20 soit de préférence dans un solvant capteur tel qu'une base organique comme par exemple la pyridine, la triéthylamine ou la tert-butylamine.

B/ Procédé en une étape :

25 L'estérification directe de l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propane-diol-1,3 peut être réalisée en utilisant l'un quelconque des procédés de la deuxième étape de l'estérification selon A. On fait alors réagir trois molécules d'acides monocarboxyliques aliphatiques décrits précédemment, identiques ou différents, ou bien trois molécules des chlorures de ces acides, avec une molécule d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3.

Dans le cas où un seul acide est utilisé, le diester (II) est unique. Dans le cas où un mélange d'acides est utilisé, on obtient un mélange de différents diesters (II) et cette possibilité donne 35 beaucoup de souplesse au procédé pour aboutir à des applications précises.

A titre indicatif, on peut donner quelques exemples de mélange :

	Nombre de constituants du mélange d'acides utilisé	Nombre de constituants du mélange de diesters obtenu
5	1	1
	2	6
	3	18
	4	40
	5	75
	6	126

10 La purification des diesters bruts ou des mélanges de diesters obtenus par l'un des procédés selon l'invention doit être particulièrement soignée car une impureté dans le lubrifiant risquerait d'initier une dégradation et retirerait l'intérêt de stabilité à température élevée.

15 A cet égard, les esters oxazoline objets de la présente invention sont extrêmement avantageux car leur purification s'avère la plus commode. En effet, une simple distillation conduit à un lubrifiant incolore, parfaitement neutre et ne présentant aucune fonction polaire telle que la fonction acide ou la fonction alcool.
20 Lorsque la base lubrifiante est un produit pur, on la recueille en distillant à point fixe. Lorsque la base lubrifiante est un mélange, ce qui est le cas le plus intéressant, on recueille une coupe de distillation dans une marge de température.

Les diesters, dont la molécule renferme un cycle oxazoline, pré-
25 parés et purifiés comme il a été expliqué ci-dessus, possèdent des qualités rhéologiques et une thermostabilité au-dessus de 300°C qui les destinent notamment à des usages comme bases de lubrifiants pour turbomachines d'aviation volant à plus de Mach 2. Les mélanges de ces diesters, dont la molécule renferme le cycle oxazoline et qui sont préparés à partir de l'amine-2 hydroxyméthyl-2 propane-
30 diol-1,3, sont particulièrement intéressants car ils possèdent de bas points de figeage et leurs viscosités peuvent être modifiées à volonté en faisant varier les mélanges d'acides servant à leurs synthèses.

35 Les exemples suivants illustrent à titre non limitatif les pro-

cédés selon l'invention :

Exemple Ia : hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3

Dans un ballon de 500 cm³ muni d'un système d'agitation, d'un réfrigérant ascendant et d'une garde séchante au chlorure de calcium, on introduit :

48,4 g d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3
-0,4 moles

52 g d'acide enanthoïque -0,4 moles
150 cm³ de xylène séché sur sodium

10 Le mélange est porté à reflux en agitant et l'eau entraînée est recueillie dans un séparateur azéotropique. La réaction est terminée au bout de douze heures quand on a recueilli 14,4 cm³ d'eau. Le mélange réactionnel est refroidi et le xylène est évaporé. On obtient un produit blanc solide qui est recristallisé dans l'acétate de méthyle.

On recueille 52,24 g d'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 dont la température de fusion est 80°C, ce qui représente un rendement moléculaire de 61 %.

Exemple Ib : octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3

20 On opère exactement comme dans l'exemple I, en introduisant dans le ballon :

48,4 g d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3
-0,4 moles
63,2 g d'acide pélargonique -0,4 moles
100 cm³ de xylène séché sur sodium

25 On recueille après recristallisation dans l'acétate de méthyle 66,6 g d'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 dont la température de fusion est 87°C, ce qui représente un rendement moléculaire de 68,6 %.

30 Exemple II : dienanthoate de l'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3

a) 1^{re} méthode

Dans un ballon de 500 cm³ muni d'un système d'agitation, d'un réfrigérant ascendant, et d'une garde séchante au chlorure de calcium, on introduit :

70 05883

6

2079970

32,25 g d'hexyl-2 dihydrométhyl-4,4 oxazoline-1,3
-0,15 moles
200 cm³ de pyridine

On coule dans ce mélange agité entre 50° et 60°C au moyen d'une 5 ampoule à addition 49 g de chlorure d'enanthoyle, soit 0,165 moles. En continuant l'agitation, on porte à reflux et maintient le reflux pendant 12 heures.

Le mélange réactionnel est refroidi et noyé dans 700 cm³ d'eau. On extrait la phase organique avec 3 x 100 cm³ d'éther et la solution éthérée est lavée à l'acide chlorhydrique 5 %, à l'eau, au carbonate de sodium 5 %, à l'eau puis séchée sur sulfate de soude anhydre.

L'éther est évaporé et on obtient 62 g d'une huile brute présentant une faible trace d'alcool visible dans le spectre infrarouge. 15 L'huile brute est finalement distillée pour donner 15,6 g de produit huileux incolore sans trace d'un alcool qui passe à 191°C sous 0,09 mm de mercure. Ce produit est le dienanthoate de l'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3.

b) 2ème méthode

20 Dans un ballon de 500 cm³ muni d'un système d'agitation, d'un réfrigérant ascendant et d'une garde séchante au chlorure de calcium, on introduit :

32,25 g d'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3
-0,15 moles

25 100 cm³ de xylène séché sur sodium

42,9 g d'acide enanthoïque - 0,33 moles

Le mélange est porté à reflux en agitant et l'eau entraînée est recueillie dans un séparateur azéotropique. La réaction est terminée au bout de 24 heures quand on a recueilli 5,4 cm³ d'eau.

30 Le mélange réactionnel est refroidi puis lavé au carbonate de sodium 5 % et à l'eau. Il est ensuite séché sur sulfate de sodium et le xylène est évaporé pour donner 65 g d'une huile brute présentant une très faible trace d'un alcool visible dans le spectre infrarouge.

35 La distillation de ce produit donne 14,8 g du diénanthoate de l'hexyl-2 dihydrométhyl-4,4 oxazoline-1,3 de caractéristiques physiques identiques à celles du produit obtenu par la première méthode.

c) 3ème méthode

Dans un ballon de 500 cm³ muni d'un système d'agitation, d'un réfrigérant ascendant et d'une garde séchante au chlorure de calcium, on introduit :

5 24,2 g d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 -0,2 moles
 95,4 g d'acide enanthoïque - 0,66 moles
 1 g d'acide p-toluène sulfonique
 200 cm³ de xylène séché sur sodium

Le mélange est porté à reflux en agitant et l'eau entraînée est 10 recueillie dans un séparateur azéotropique. La réaction est terminée au bout de 24 heures quand on a recueilli 15,2 cm³ d'eau.

Le mélange réactionnel est refroidi puis lavé au carbonate de sodium 5 % et à l'eau. Il est ensuite séché sur sulfate de sodium et 15 le xylène est évaporé pour donner 82,6 g d'une huile brute présentant une très faible proportion d'un alcool visible dans le spectre infrarouge.

La distillation de ce produit donne 24,75 g du diénanthoate de l'hexyl-2 dihydrométhyl-4,4 oxazoline-1,3 de caractéristiques physiques identiques à celles du produit obtenu par les deux premières 20 méthodes.

Les caractéristiques physiques, rhéologiques et thermostables du diénanthoate de l'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 figurent dans le tableau récapitulatif final.

Exemple III : Dipélargonate de l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4
25 oxazoline-1,3

L'une quelconque des 3 méthodes utilisées dans l'exemple II peut être utilisée dans l'exemple III : il suffit de substituer l'acide pélargonique à l'acide enanthoïque et l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 à l'hexyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-30 1,3, tout en respectant les proportions moléculaires stoechiométriques relatives qui ont été mises en œuvre dans l'exemple II.

Le dipélargonate de l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 est une huile incolore sans trace d'alcool distillant à 215°C sous une pression de 0,05 mm de mercure.

35 En opérant sur 0,15 moles d'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3, on a obtenu 11,7 g de dipélargonate de l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 par la première méthode et 10,9 g par

la seconde méthode.

En opérant sur 0,2 moles d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3, on a obtenu 19 g de dipélargonate de l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 par la troisième méthode.

5 Les caractéristiques physiques, rhéologiques et thermostables du dipélargonate de l'octyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 figurent dans le tableau récapitulatif final.

Exemples IV, V, VI, VII, VIII, IX, X, XI, XII

Une série de diesters incluant le cycle oxazoline ont été préparés par une méthode identique à la 3ème méthode de l'exemple II. Les produits de départ sont l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 et, soit un acide pur, soit un mélange équimoléculaire de deux acides, soit un mélange équimoléculaire de trois acides. La synthèse est toujours faite en utilisant 0,2 moles d'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 et 0,66 moles d'acide pur ou de mélange équimoléculaire de deux ou trois acides.

Les caractéristiques physiques, rhéologiques et thermostables de chaque huile obtenue qui selon les cas est un produit pur bouillant à point fixe ou un mélange de produits purs distillant dans une marge de température, figurent dans le tableau récapitulatif final.

Le détail de chaque exemple est le suivant :

Exemple IV : l'acide utilisé est l'acide caproïque. L'huile pure obtenue distille à 175°C sous 0,09 mm de mercure. On en obtient 9,95 g.

Exemple V : l'acide utilisé est l'acide caprylique. L'huile pure obtenue distille à 189°C sous 0,04 mm de mercure. On en obtient 41,5 g.

Exemple VI : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide enanthoïque et d'acide pélargonique. L'huile obtenue constituée de 6 diesters purs distille entre 204°C et 214°C sous 0,04 mm de mercure. On obtient 42 g de mélange.

Exemple VII : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide propionique, d'acide enanthoïque et d'acide pélargonique. L'huile obtenue constituée de 18 diesters purs distille entre 182°C

70 05883

2079970

et 196°C sous 0,03 mm de mercure. On obtient 20 g de mélange.

5 Exemple VIII : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide enanthoïque, d'acide caprylique et d'acide pélargonique. L'huile obtenue constituée de 18 diesters purs distille entre 192°C et 204°C sous 0,02 mm de mercure. On obtient 26,5 g de mélange.

10 Exemple IX : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide caproïque, d'acide enanthoïque et d'acide caprylique. L'huile obtenue constituée de 18 diesters purs distille entre 172°C et 218°C sous 0,03 mm de mercure. On obtient 31,2 g de mélange.

15 Exemple X : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide caproïque, d'acide enanthoïque et d'acide pélargonique. L'huile obtenue constituée de 18 diesters purs distille entre 163°C et 186°C sous 0,01 mm de mercure. On obtient 28,4 g de mélange.

20 Exemple XI : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide caproïque, d'acide caprylique et d'acide pélargonique. L'huile obtenue constituée de 18 diesters purs distille entre 180°C et 210°C sous 0,06 mm de mercure. On obtient 43,55 g de mélange.

25 Exemple XIII : le mélange d'acides utilisés est une coupe commerciale contenant en majorité de l'acide caprique (90 %) accompagné d'acide caprylique (9 %) et de divers autres acides à l'état de traces (1 %). L'huile obtenue constituée d'un mélange prépondérant de 6 diesters accompagné d'autres diesters à l'état de traces distille entre 260°C et 274°C sous 3 mm de mercure. On obtient 41,7 g du mélange.

30 Exemple XIII : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide diméthyl-22 enanthoïque et d'acide diméthyl-22 pélargonique. L'huile obtenue, constituée de 6 diesters, distille entre 175°C et 188°C sous 0,04 mm de mercure. On obtient 51,20 g de mélange.

35 Exemple XIV : le mélange d'acides utilisés est un mélange d'acide isobutyrique, d'acide diméthyl-22 enanthoïque et d'acide diméthyl-22 pélargonique. L'huile obtenue, constituée de 18 diesters, distille entre 168°C et 173°C sous 0,02 mm de mercure. On obtient 34,12 g de mélange.

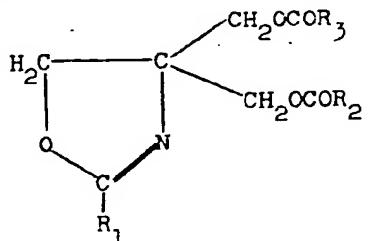
BAD ORIGINAL

Tableau récapitulatif

Exemple	Mélange d'acides utilisés	Nbre de constituants de l'huile	Viscosité à 37°8 CST	Viscosité à 98°9 CST	Indice de viscosité	Point de fièvre de dégagement	Eb °C/mm Hg	Température de décomposition °C
II	enanthoïque	1	17	3,45	78	+ 18	191/0,09	370
III	pélargonique	1	-	-	-	+ 40	216/0,05	310
IV	caproïque	1	14,08	3,04	84	+ 1	175/0,09	355
V	caprylique	1	20,87	4,19	119	+ 23	189/0,04	382
IV	caproïque	1	14,08	3,04	84	+ 1	175/0,09	355
V	caprylique	1	20,87	4,19	119	+ 23	189/0,04	382
VI	enanthoïque pélargonique	6	21,46	4,31	124	+ 14	204/0,04	372
VII	propionique enanthoïque pélargonique	18	19,08	4,04	125	+ 2	182-96/0,03	358
VIII	enanthoïque caprylique pélargonique	18	19,81	4,11	125	+ 15	192-204/0,02	345
IX	caproïque enanthoïque caprylique	18	18,21	3,76	100	- 12	172-218/0,03	333
X	caproïque enanthoïque pélargonique	18	19,08	3,81	96	- 2	163-86/0,01	
XI	caproïque caprylique pélargonique	18	21,34	3,90	60	+ 6	180-210/0,06	355
XII	caproïque caprylique traces	6 + traces	28,41	4,63	75	+ 27	260-74/3	358

RE VEN D I C AT I O N S

1.- Nouveaux diesters caractérisés en ce qu'ils répondent à la formule :



5 dans laquelle R_1 , R_2 , R_3 sont des radicaux aliphatiques linéaires ou ramifiés sur le carbone rattaché au cycle pour R_1 et sur les carbones en α des carbonyles pour R_2 et R_3 , dont le nombre d'atomes de carbone sur la chaîne principale est au moins égal à 5 et au plus égal à 15.

10 2.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que dans une première étape on fait réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un acide monocarboxylique aliphatique linéaire ou porteur de deux ramifications linéaires aliphatiques comportant de 1 à 4 atomes de carbone sur le carbone situé en α du carbonyle, dont le nombre d'atomes de carbone sur la chaîne principale est compris entre 5 et 16 et en ce que dans une deuxième étape on fait réagir au moins un alkyl-2 dihydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 avec au moins un acide aliphatique monocarboxylique décrit précédemment renfermant de 6 à 16 atomes de carbone dans la chaîne principale.

15 3.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que dans une première étape on fait réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un chlorure d'acide tel que décrit dans la revendication 2, et en ce que dans une deuxième étape on fait réagir au moins un alkyl-2 hydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 avec au moins un acide comme il a été décrit dans la revendication 3.

20 4.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que dans une première étape on fait réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un chlorure d'acide comme il a été décrit dans la revendication 2, et en ce que dans la deuxième étape on fait réagir au moins un alkyl-2 hydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 avec au moins un chlorure

BAD ORIGINAL

d'acide comme il a été décrit dans la revendication 2.

5.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que dans une première étape on fait réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un acide comme il a été décrit dans la revendication 2 et en ce que dans une deuxième étape on fait réagir au moins un alkyl-2 hydroxyméthyl-4,4 oxazoline-1,3 avec au moins un chlorure d'acide comme il a été décrit dans la revendication 2.

10 6.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que l'on opère en une seule étape en faisant réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un acide monocarboxylique aliphatique tel qu'il a été décrit dans la revendication 2 renfermant de 6 à 16 atomes de carbone dans la chaîne principale.

15 7.- Procédé de préparation des diesters définis dans la revendication 1 caractérisé en ce que l'on opère en une seule étape en faisant réagir l'amino-2 hydroxyméthyl-2 propanediol-1,3 avec au moins un chlorure d'acide tel qu'il a été décrit dans la revendication 2 renfermant de 6 à 16 atomes de carbone dans la chaîne principale.

20 8.- Utilisation des mélanges de diesters selon la revendication 1 dont le nombre de constituants est compris entre 1 et 126 comme lubrifiants ou constituants essentiels d'huiles lubrifiantes.

BAD ORIGINAL

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- BLACK BORDERS**
- IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- FADED TEXT OR DRAWING**
- BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- SKEWED/SLANTED IMAGES**
- COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- GRAY SCALE DOCUMENTS**
- LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)